



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
EIDGENÖSSISCHES AMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Internationale Klassifikation: D 06 m 13/50

Geschäftsnummer: 12627/65

Anmeldungsdatum: 19. September 1965, 18¼ Uhr

Prioritäten:

Deutschland, 12. September 1964  
und 7. Mai 1965 (B 78510  
IVb/12o, B 81814 IVb/12o)

Gesuch bekanntgemacht: 30. Juni 1970

Patent erteilt: 15. Oktober 1970

Patentschrift veröffentlicht: 30. November 1970

Stimmt überein mit Auslegeschrift Nr. 12627/65



## HAUPTPATENT

Walter Blöchl, Karlsruhe (Deutschland)

### Verfahren zum Wasser-, Öl- und Schmutzabweisendmachen von Textilien

Walter Blöchl, Karlsruhe (Deutschland), ist als Erfinder genannt worden

1 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Wasser-, Öl- und Schmutzabweisendmachen von Textilien, wie Garnen, Fäden und Fasern aller Art, mit Hilfe von gewissen Fluoralkylsiliciumverbindungen.

Seit einiger Zeit wurden wäßrige Emulsionen und nichtwäßrige Lösungen von Fluoralkylharzen zur öl-, schmutz- und wasserabweisenden Imprägnierung von Textilien, wie Fäden und Garnen, verwendet. Aus wirtschaftlichen und hygienischen Gründen werden vorzugsweise wäßrige Emulsionen verwendet, da die Verwendung der erforderlichen großen Mengen an Lösungsmitteln teuer, feuergefährlich und gesundheitsschädlich ist. Jedoch sind diese Harz-emulsionen außerordentlich empfindlich: während praktischer Operationen treten oft Ausflockungen und Ausfällungen ein, die durch Verunreinigungen oder Änderungen des pH verursacht werden. Darüber hinaus ist es sehr schwierig, eine wirtschaftlich erwünschte Einbadimprägnierung anzuwenden, da die zusätzlichen Veredlungszusätze, z. B. Knitterfestveredlungsmittel, sehr oft die Emulsion ausfällen oder sie gegen Ausflockungen und Ausfällungen empfindlicher machen. Die Emulsionen altern schnell, und es ist oft unmöglich, die Bäder länger als 2 Tage aufzubewahren. Ein weiterer Nachteil der genannten Emulsionen ist, daß häufig Material verdorben wird, wenn es während des unbeobachteten Ausflockungsprozesses durch das Bad gezogen wird und dadurch unansehnlich wird und nicht gereinigt werden kann.

Wenn Unregelmäßigkeiten in dem Material vorhanden sind, wird die Emulsion oft ungleichmäßig aufgebracht, und dies wird sichtbar, wenn das Gewebe verwendet wird. Bekannte, für Imprägnierungszwecke verwendete Emulsionen haben eine starke oleophobe Wirkung, aber nur eine schwache hydrophobe Wirkung. Wenn wasserabstoßende Mittel zugesetzt werden, wird die oleophobe Wirkung der Emulsionen vermindert,

2 so daß es früher schwierig war, gleichzeitig optimale hydrophobe und oleophobe Effekte zu erzielen.

Die Verwendung von Fluoralkylsiliciumverbindungen zum Wasser- und Ölstoßendmachen von Textilien ist z. B. aus der USA-Patentschrift Nr. 3 012 006 bekannt. Dabei handelt es sich um Siloxane mit Si-H-Bindungen, die nicht wasserlöslich sind. Dagegen können die erfindungsgemäß verwendeten Verbindungen aus echten wäßrigen Lösungen aufgebracht werden, die sich bequemer anwenden lassen als die bisher bekannten empfindlichen Emulsionen. Diese Verbindungen sind auch in organischen Lösungsmitteln, wie z. B. Trichloräthylen, löslich, was ihre Verwendung mit «Frigen» als Treibgas in Aerosolsprühdosen für Kleinverbraucher gestattet. Die erfindungsgemäß verwendeten Verbindungen verleihen den Textilien außergewöhnlich gute klebstoff-, öl-, schmutz- und wasserabweisende Eigenschaften, die sehr waschbeständig sind. Verfärbungen der behandelten Textilien treten dabei nicht auf.

Die Verwendung von derartiger Verbindungen in wäßriger Lösung bietet erhebliche Vorteile:

1. Die Verbindungen liegen als echte wäßrige Lösungen vor, die sich nicht entmischen, und ziehen im Gegensatz zu den Emulsionen der USA Patentschrift Nr. 3 012 006 wegen ihres vorteilhaften oberflächenaktiven Verhaltens auch ohne Netzmittel gleichmäßig auf die Textilien, was bei der genannten Patentschrift nicht der Fall ist, da die dort beschriebenen Stoffe nicht oberflächenaktiv sind und in Wasser unlöslich sind. Technisch vorteilhaft ist die Verwendung von wäßrigen Bädern, die keine Lösungsmittelkosten und Gefahren verursachen. Weiter sind die echten wäßrigen Lösungen im Gegensatz zu den Emulsionen nach der genannten Patentschrift stabil und verträglich mit gleichzeitig anzuwendenden Knitterfestimprägnierungen, wie dies auch aus ökonomischen Gründen ge-

fordert wird. Die Emulsionen nach der genannten Patentschrift vernetzen mit Knitterfestimprägnierungen wegen ihres Si-H-Gehaltes und fallen aus.

2. Die vorliegenden Verbindungen sind wirkungsvoller und benötigen keine langen Lagerzeiten, um ihre Wirkung zu entwickeln.

3. Die vorliegenden Verbindungen sind sehr viel sparsamer anzuwenden (etwa nur  $\frac{1}{6}$  der nach der genannten Patentschrift erforderlichen Aufgabemenge) und entwickeln dabei sogar noch eine stärkere Ölabweisung.

Es sind zwar bereits eine Reihe von Fluoralkylsiliciumverbindungen bekannt, aber nur Verbindungen, die an dem freien Ende der Alkylgruppe mehr als 5  $\text{CF}_2$ -Gruppen tragen, besitzen diese Imprägnierwirkung in genügend hohem Maße.

Das Verfahren gemäß der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß man die Textilien mit einer Fluoralkylsiliciumverbindung der Formel:



imprägniert, wobei X Wasserstoff, Chlor oder Fluor, p 6 bis 18,  $\text{R}-(\text{CH}_2)_q-$ ,  $-\text{CH}=\text{CH}-$  oder  $-\text{C}_3\text{H}_5\text{OC}_3\text{H}_7-$ , wobei q eine Zahl von 2 bis 6 bedeutet, m 1 oder 2, R' niederes Alkyl oder niederes Alkenyl, n 1 oder 2 und Z den Rest einer aliphatischen Hydroxylverbindung, an deren in bezug auf die Hydroxylgruppe  $\alpha$ -,  $\beta$ - oder  $\gamma$ -ständiges Kohlenstoffatom ein mehrwertiges Nichtkohlenstoffatom mit Elektronendonatoreigenschaften gebunden ist, bedeuten, wobei die Summe von m + n höchstens 3 beträgt.

Am wirkungsvollsten sind Fluoralkylsiliciumverbindungen, bei denen p = 8 bis 14 ist. Verbindungen der obigen Formel lassen sich in Trichloräthylenlösung oder in anderen Lösungsmitteln gleichfalls vorteilhaft einsetzen, wenn die Anwendung nicht wässriger Lösungsmittel gegebenenfalls vorteilhafter ist.

Fluoralkylsiliciumverbindungen obiger Formel, bei denen Z den Rest eines Polyglycols, Äthanolamins, Propandiolamins, des Glycerins oder Glycidols darstellt, sind als wasserlösliche oder hydrophile Verbindungen außerordentlich leicht und gegebenenfalls ohne organische Lösungsmittel einsetzbar. Diese bevorzugten Verbindungen bilden echte wässrige Lösungen, die eine außerordentlich hohe oleophobe und hydrophobe Imprägnierwirkung auf vielen Arten von Textilien entfalten und die für die üblichen Verunreinigungen und meßbare pH-Schwankungen vollständig unempfindlich sind. Selbst ohne Zusätze haben diese Lösungen ein hohes Netzvermögen. Sie können gleichzeitig als Netzmittel verwendet werden, wenn man andere damit gemischte Veredlungsmittel aufbringt. Diese Eigenschaft ist besonders im Falle von dicken Textilien wichtig, um eine wirtschaftliche und gleichmäßige Absorption zu ermöglichen.

Die Verbindungen werden vorzugsweise als wässrige oder wässrig-alkoholische Lösungen aufgebracht, wenn in den Verbindungen ein oder zwei Reste aliphatischer Polyole, Polyäther, Alkanolamine, Hydroxycarbonsäuren oder deren Polyol- oder Polyätherester linear oder cyclisch über Sauerstoffatome in Art der Alkoxysilane an Silicium gebunden sind. Trotz des erforderlichen langen Fluoralkylrestes, der an Silicium gebunden ist, sind solche Fluoralkylsiliciumverbindungen unerwarteterweise noch wasserlöslich und oberflächenaktiv. Eine

weitere vollständig überraschende Eigenschaft solcher wässriger Lösungen ist ihre außerordentliche Beständigkeit gegen Ausfällung von Polysiloxan, während bei homogenen Alkoxysilanen in Gegenwart von Wasser normalerweise Hydrolyse und Kondensation eintreten. Diese Eigenschaft ermöglicht es, in der Praxis Lösungen der Verbindungen wirtschaftlich zu verwenden. Selbst Wochen und Monate später wurde aus wässrigen Lösungen von Fluoralkylsiliciumverbindungen, die 2 Reste Z des oben beschriebenen Typs enthalten, keine Ausfällung oder Ausflockung beobachtet, obgleich – gemäß den früheren Erfahrungen mit dem Verhalten von Alkoxysilanen – das Gleichgewicht vollständig auf der Silanol- oder Polysiloxanseite liegen sollte. Diese unerwartete Stabilität ermöglicht es, Textilien in wirtschaftlicher Weise aus wässrigen Lösungen mit derartigen Fluoralkylsiliciumverbindungen zu imprägnieren, die nach einer angemessenen Lagerdauer oder nach kurzem Erhitzen in waschechter Weise an die Faser gebunden werden können. Diese Beständigkeit kann möglicherweise durch eine schwache Sättigung der sekundären Valenzen des koordinativ sechswertigen Siliciumatoms durch die mehrwertigen Nichtkohlenstoffatome, die in den Resten der Hydroxylverbindung enthalten sind und die als Elektronendonatoren bezüglich des Siliciums wirken, erklärt werden. Hydroxylverbindungen, deren Reste für diesen Zweck besonders wirksam sind, sind 1,2- und 1,3-Glycole und die daraus synthetisierten linearen Polyäther, insbesondere Äthylenglycol, -diglycol, -triglycol und -polyglycol, ferner Aminoalkohole, speziell Mono-, Di- und Triäthanolamin, sowie Glycolsäure und Hydroxypropionsäure und die Derivate davon. Unter den Polyolen ist Glycerin erwähnenswert.

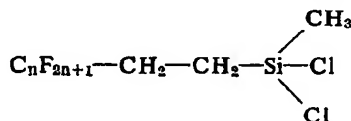
Die Fluoralkylsiliciumverbindungen können z. B. durch Umsetzung von Verbindungen der Formel:



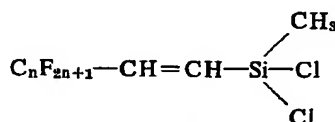
worin m vorzugsweise 1, n vorzugsweise 1, m + n 2 oder 3, Y Halogen, Schwefel, Stickstoff, Wasserstoff, einen Acyl- oder Alkoxyrest, vorzugsweise Chlor, einen Acetyl- oder Methoxyrest, R' niederes Alkyl, wie Methyl, oder niederes Alkenyl, wie Vinyl, p vorzugsweise 7 bis 14 und X vorzugsweise Fluor bedeuten, mit aliphatischen Hydroxylverbindungen der Formel HZ erhalten werden. Derartige aliphatische Hydroxylverbindungen sind z. B. 1,2-Glycole, speziell Äthylenglycol, deren Halbester und Halbbäther, 1,3-Glycole, speziell 1,3-Propandiol, deren Halbester und Halbbäther, Polyole, speziell Glycerin, Diglycerin, und deren teilweise veresterte und teilweise verätherte Derivate, Hydroxycarbonsäuren, speziell Glycolsäure, und Hydroxypropionsäure, deren Glycol- und Polyglycolester und -äther und deren Salze, Nitrile oder Amide, Alkanolamine und deren Polyglycoläther, speziell Mono- und Diäthanolamin, Polyäther, speziell Diäthylenglycol, Triäthylenglycol und Polyäthylenglycol, in welchem Falle die freien Hydroxylgruppen anschließend in allen Verbindungen durch niedere Alkoxygruppen oder Acylgruppen veräthert oder verestert werden können. Die Halbester und Halbbäther dieser Polyäther können ebenfalls verwendet werden.

Wie aus der obigen Liste ersichtlich ist, können hydrolysenbeständige Fluoralkylsiliciumverbindungen nur durch Veresterung mit Verbindungen der Formel HZ erhalten werden, die mindestens eine alkohole-

liche Hydroxylgruppe für die Veresterung und zusätzlich in der 2-Stellung bis 4-Stellung ein mehrwertiges Nichtkohlenstoffatom mit Elektronendonatoreigenschaft, insbesondere Sauerstoff, Aminostickstoff oder Nitrilstickstoff, enthalten. Die besten Ergebnisse werden mit den Veresterungsprodukten aus Glycol, Diglycol, Triglycol, niederen Polyglycolen und Äthanolaminen erhalten. Solche aus Fluoralkyltrichlorsilanen der Formeln:



und



worin  $n$  7 bis 14 bedeutet, erhaltene Veresterungsprodukte liefern ausgezeichnete beständige Lösungen, die in einer Konzentration von 5 % herab bis 0,1 % und weniger eine gute oleophobe sowie starke hydrophobe Imprägnierwirkung entfalten.

Die Verbindungen der Formel



können z. B. durch Addition von 1-Jodperfluoralkanen mit mehr als 5 Kohlenstoffatomen, die auch in  $\omega$ -Stellung ein Chlor- oder Wasserstoffatom enthalten können, an ungesättigte Organosiliciumverbindungen thermisch oder unter den Bedingungen der freien Radikalbildung wie auch unter Bestrahlung mit UV-Licht erhalten werden. Vorteilhaft entfernt man nachträglich das organisch gebundene Jod durch Reduktion mit Metallen oder durch katalytische Hydrierung in Gegenwart von Halogenwasserstoffakzeptoren.

Ein zweiter sehr brauchbarer Weg, Verbindungen der Formel



herzustellen, besteht in der Addition von entsprechenden Fluoralkenen oder Fluoralkinen oder fluorierten ungesättigten Äthern an geeignete Siliciumverbindungen und Polysiloxane bzw. Cyclosiloxane, die Si-H-Bindungen enthalten, unter Verwendung der für die Addition von ungesättigten organischen Verbindungen an Si-H-Bindungen bekannten Katalysatoren. Auch ultraviolettes Licht,  $\gamma$ -Strahlen oder Temperaturen von mehr als 200° C wie auch Katalysatoren, die in Radikale zerfallen, wie Di-tert.-butylperoxyd, sind für die Ausführung der Reaktion verwendbar.

Die erfindungsgemäß verwendeten Fluoralkylsiliciumverbindungen lassen sich am besten durch Umsetzung der entsprechenden Chlorsilane oder Hydrogensilane oder durch Umesterung anderer zugänglicher Alkoxysilane mit den aliphatischen Hydroxylverbindungen der Formel HZ herstellen. Die für diesen Zweck erforderlichen Fluoralkylsiliciumverbindungen werden zweckmäßig gemäß der Schweizer Patentschrift Nummer 459 161 oder gemäß dem oben beschriebenen Verfahren hergestellt. Diese Verbindungen enthalten häufig organisch gebundenes Jod, das gegen Wasserstoff ausgetauscht werden kann, nachdem die Chlorsilane mit

Methanol in die Methoxysilane übergeführt worden sind, die anschließend mit den Verbindungen der Formel HZ katalytisch umgeestert werden, oder die Chlorsilane können sogleich mit den Verbindungen der Formel HZ umgesetzt und das Jod gegen Wasserstoff ausgetauscht werden.

Es ist zweckmäßig, von Fluoralkylchlorsilanen auszugehen, die, wenn sie gemäß Schweizer Patentschrift Nr. 459 161 hergestellt sind, außer dem jodhaltigen Produkt olefinisches Silan enthalten, das aus dem primären Produkt der Abspaltung von HJ herrührt. Diese Fluoralkylchlorsilane können, wie in der belgischen Patentschrift Nr. 669 505 beschrieben, weiter verarbeitet werden.

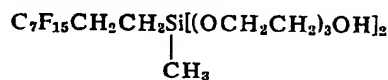
Zur Verwendung im Verfahren gemäß der Erfindung können z. B. 0,1 bis 50 g der Fluoralkylsiliciumverbindungen in 1 Liter Wasser gelöst werden. Eine kleine Menge niederer Alkohole kann in dem Wasser enthalten sein. Diese Lösung ist beständig und gegen pH-Schwankungen weitgehend unempfindlich. Der pH-Wert sollte vorteilhaft zwischen 2 und 9 liegen, was erforderlichenfalls durch Verwendung von Ammoniumacetat als Puffer erzielt werden kann.

Die Textilien werden zweckmäßig mit verdünnten Lösungen mit einer Konzentration zwischen 0,1 und 3 % an Fluoralkylsiliciumverbindungen benetzt, getaucht, besprüht oder bedruckt. Textilien wie Garne können mit diesen Lösungen getränkt oder besprüht oder mit Hilfe von Walzen überzogen werden. Nach dem Trocknen schließt man vorteilhaft zur schnelleren Fixierung an der Textilie eine kurze Temperung bei Temperaturen zwischen 80 und 180° C während bis zu 15 Minuten je nach der Empfindlichkeit des Textilguts an. So können auf der Textilie Fluoralkylpolysiloxane, die mittels Si-O-Brücken auf der Textilie chemisch verankert oder damit vernetzt sind, gegebenenfalls unter Verwendung eines Umesterungskatalysators für Alkoxysilane, erzeugt werden. Die Textilien werden vorteilhaft einige Minuten lang auf 120 bis 150° C erhitzt; dadurch werden sehr beständige oleophobe und hydrophobe Oberflächeneigenschaften erzeugt.

Auf diese Weise imprägnierte Textilien zeigen hervorragende wasser- und kohlenwasserstoffabweisende Eigenschaften. Nähgarne gleiten infolge dieser antiadhäsiven Eigenschaften beim Nähen leichter durch den Stoff oder das Nadelöhr.

#### Beispiel 1

25 g 1-Jodperfluorheptan werden mit 16 g Vinylmethylchlorosilan umgesetzt, und das resultierende Produkt wird mit Natriumamalgam und Methanol reduziert und methoxyliert und mit Calciumchlorid getrocknet. 40 g Triglycoläther zusammen mit 30 cm<sup>3</sup> Tetrahydrofuran werden zu dem Fluoralkylmethylmethoxysilan gegeben. Nach Zugabe von etwa 0,1 g p-Toluolsulfonsäure wird das Gemisch unter Druck und kräftigem Schütteln auf 100° C erhitzt. Nach Abkühlen und Entleeren des Druckgefäßes wird das Lösungsmittel bei 100° C abdestilliert und nach dem Kühlen der Katalysator durch Neutralisation inaktiviert. Die resultierende flüssige Verbindung der Formel

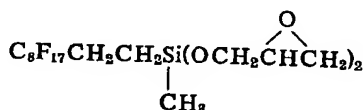


ist in Wasser und wässrigen Lösungen von niederen

Alkoholen sowie in anderen polaren Lösungsmitteln vollständig löslich. Diese wäßrigen Lösungen sind mehr als 30 Tage lang beständig und dauernd frei von Ausflockung, und wenn sie in so niedrigen Konzentration wie 0,2% angewendet werden, zeigen sie eine hohe oleophobe und hydrophobe Imprägnierwirkung, die Textilien stark schmutzabstoßend und antiadhäsiv macht.

#### Beispiel 2

45 g 1-Jodperfluorooctan werden mit 28 g Vinylmethyldichlorsilan umgesetzt. Nach Abdestillation des nicht umgesetzten Ausgangsmaterials wird das resultierende Fluoralkylmethyldichlorsilan mit 50 g Acetanhydrid umgesetzt und eine kurze Zeit lang gekocht. 30 g Eisessig sowie 200 g Tetrahydrofuran als Lösungsmittel werden zugesetzt. Diese Lösung wird 3 Stunden lang mit Zinkstaub geschüttelt, worauf alles Lösungsmittel, Acetanhydrid und Eisessig abdestilliert und das Jod aus dem Destillat nach Abscheidung des Zinks durch Ausfällung mit Blei-II-acetat freigesetzt wird. Überschüssiges Blei wird mit Ammoniumchlorid ausgefällt. Nach Abfiltration des Niederschlages und Abdestillation aller Lösungsmittel werden 25 g Glycidol zugesetzt, und die freigesetzte Essigsäure wird im Vakuum abdestilliert. Das resultierende Produkt der Formel

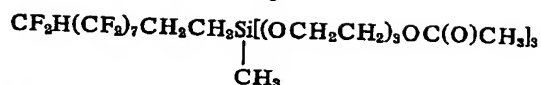


ist wasserlöslich und ist in Form einer verdünnten wäßrigen Lösung ungewöhnlich geeignet als Imprägniermittel, um Textilien oleophob zu machen.

Die Textilien werden durch Eintauchen, Bedrucken oder Sprühen mit der Lösung benetzt, getrocknet und gegebenenfalls während mehrerer Minuten bis mehrerer Stunden auf 90 bis 150°C oder höher erhitzt, um das Material zu kondensieren. Wenn Alkali oder quaternäre Ammoniumbasen in einer Menge von 1% oder weniger zugesetzt oder anschließend aufgebracht werden, setzen sie die Härtungstemperatur oder die Härtungsdauer des Silikons wesentlich herab. Ein Stück Baumwollpopeline wird in eine 1% ige wäßrige Lösung der Verbindung eingetaucht, durch Erhitzen auf 130°C getrocknet und etwa 10 Minuten auf dieser Temperatur gehalten. Das Stück Popeline ist stark öl-, schmutz- und wasserabstoßend. Die hydrophobe Wirkung bessert sich nach dem einmaligen Waschen des Materials, so daß es selbst unter drastischen Bedingungen kaum benetzt werden kann. Diese Wirkung bleibt selbst nach wiederholtem Waschen oder chemischem Reinigen bestehen.

#### Beispiel 3

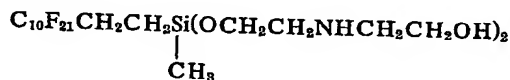
63 g 1-Jod-8-hydrogenperfluorooctan werden mit 30 g Vinylmethyldichlorsilan umgesetzt. Nach Abdestillation des überschüssigen Ausgangsmaterials wird das resultierende Additionsprodukt mit 100 cm<sup>3</sup> Tetrahydrofuran gemischt und langsam unter Rühren zu einem Gemisch gegeben, das 60 g Triglycolmonoacetat, Zinkstaub und 50 cm<sup>3</sup> Tetrahydrofuran enthält. Nach dem Rühren während 2 Stunden wird die Lösung filtriert und über ein entwässertes, chloridbeladenes Anionenaustauscherharz geleitet, das mit Tetrahydrofuran gesättigt ist. Dadurch wird eine wasserlösliche, jodfreie Lösung von



erzeugt, die, in Wasser gelöst, nach einer Härtungsdauer von 5 Minuten bei 130°C auf Textilien gute oleophobe und hydrophobe Effekte liefert. Diese wäßrigen Lösungen bleiben viele Tage lang beständig.

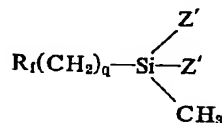
#### Beispiel 4

65 g 1-Jodperfluorodecan werden mit 30 g Vinylmethyldichlorsilan umgesetzt. Nach Abdestillation des Überschusses an Vinylmethyldichlorsilan wird dieses Reaktionsprodukt mit 200 cm<sup>3</sup> Diisopropyläther verdünnt und unter kräftigem Rühren zu einem Gemisch von 100 cm<sup>3</sup> Methanol und überschüssigem Natriumamalgam getropft. Nach dem Rühren während einer Stunde wird vom Amalgam abgetrennt und mit gasförmigem HCl neutralisiert. Die Lösung wird zweimal mit Wasser geschüttelt und getrocknet. Nach Abdestillation von 120 cm<sup>3</sup> Diisopropyläther wird das Gemisch mit 70 cm<sup>3</sup> Tetrahydrofuran verdünnt, worauf 60 g Diäthanolamin zusammen mit 1 g Natriummethylat zugesetzt werden. Das Gemisch wird dann in einem Schüttelautoklaven 2 Stunden lang auf 100°C erhitzt. Das gesamte Lösungsmittel und der freigesetzte Alkohol werden bei dieser Temperatur abgetrieben, worauf das Gemisch erneut 2 Stunden lang erhitzt wird. Das Reaktionsprodukt wird dann abgekühlt und mit gasförmigem HCl zu einem pH 8,5 neutralisiert. Das flüssige Produkt der Formel



ist vollständig wasserlöslich. Seine wäßrigen Lösungen sind sehr beständig und verleihen nach dem Befeuchten und Trocknen Textilien, wie Wolle, stark schmutzabweisende und ölabweisende Eigenschaften.

Die Verwendung der Fluoralkylsilane der Formel



worin R<sub>1</sub> einen Perfluoralkylrest mit 6 bis 16 Kohlenstoffatomen und Z' einen in einer der Stellungen 2 bis 4 Sauerstoff oder Stickstoff enthaltenden Alkoxyrest bedeuten, in wäßriger Lösung bietet erhebliche Vorteile.

#### PATENTANSPRUCH

Verfahren zum Wasser-, Öl- und Schmutzabweisendmachen von Textilien, dadurch gekennzeichnet, daß man die Textilien mit einer Fluoralkylsiliciumverbindung der Formel



imprägniert, wobei X Wasserstoff, Chlor oder Fluor, p 6 bis 18, R-(CH<sub>2</sub>)<sub>q</sub>-, -CH=CH- oder -C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>-, wobei q eine Zahl von 2 bis 6 bedeutet, m 1 oder 2, R' niederes Alkyl oder niederes Alkenyl, n 1 oder 2 und Z den Rest einer aliphatischen Hydroxylverbindung, an deren in bezug auf die Hydroxylgruppe α-, β- oder γ-ständiges Kohlenstoffatom ein mehrwertiges Nichtkohlenstoffatom mit Elektronendonatoreigenschaften ge-

bunden ist, bedeuten, wobei die Summe von  $m+n$  höchstens 3 beträgt.

#### UNTERANSPRÜCHE

1. Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß das mehrwertige Nichtkohlenstoffatom Sauerstoff, Aminostickstoff oder Nitrilstickstoff ist. 5

2. Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß Z der Rest eines Glycols, Glycoläthers, Polyols, Polyoläthers, einer Hydroxycarbonsäure oder eines Alkanolamins ist.

Walter Blöchl

Vertreter: A. Braun, Basel

**Entgegengehaltene Schrift- und Bildwerke**

*USA-Patentschrift Nr. 3 012 006*